

Eigenthum  
des Kaiserlichen  
Patentamts.

KAISERLICHES PATENTAMT.



# PATENTSCHRIFT

— № 74699 —

KLASSE 22: FARBSTOFFE, FIRNISSE, LACKE.

AUSGEGEBEN DEN 10. APRIL 1894.

FARBENFABRIKEN VORM. FRIEDR. BAYER & CO. IN ELBERFELD.

## Verfahren zur Darstellung benzylierter Azofarbstoffe.

Patentirt im Deutschen Reiche vom 5. Mai 1893 ab.

Die Amidoazofarbstoffe der allgemeinen Formel  $NH_2 - R - N = N - R'$  (wobei unter  $R'$  die Reste von gekuppelten Dioxynaphtalinsulfosäuren zu verstehen sind) werden beim Behandeln mit Benzylchlorid oder analogen Benzylverbindungen in Gegenwart von Alkalien glatt in die entsprechenden Benzylfarbstoffe übergeführt, welche technisch wichtige Vorzüge gegenüber den Ausgangsproducten besitzen.

Letztere können auf bekannte Weise erhalten werden, wenn man z. B. die Acetylverbindungen von Diaminen bzw. substituirten Diaminen diazotirt, dann die resultirenden Diazoproducte mit Dioxynaphtalinsulfosäuren kuppelt und hierauf die Acetylgruppe abspaltet, oder wenn man, ausgehend von Mononitroverbindungen der Amine bzw. substituirten Amine, deren Diazoderivate mit Dioxynaphtalinsulfosäuren combinirt und nach beendigter Kuppelung die Nitrogruppe durch geeignete Reductionsmittel in die Amidogruppe überführt.

Von den genannten Ausgangsproducten liefern besonders diejenigen werthvolle Resultate, welche in obiger Weise aus Monoacetyl-p-phenylendiamin bzw. p-Nitranilin und den Sulfosäuren des  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalins gewonnen werden.

Das Verfahren zur Herstellung dieser neuen Farbstoffe erfolgt allgemein in der Weise, daß man 1 Molekül der zunächst gebildeten Amidoazoproducte mit 1 Molekül Benzylchlorid bzw. einer analogen Benzylverbindung und 1 Molekül Alkali bzw.  $\frac{1}{2}$  Molekül Alkalicarbonat behandelt.

### Beispiel:

Farbstoff, erhalten durch Benzylieren von p-Amidobenzolazo- $\alpha_1 \alpha_4$ -dioxynaphtalin- $\alpha_3$ -monosulfosäure.

38,1 kg des aus Acetyl-p-phenylendiamin durch Diazotiren, Kuppeln mit  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalin- $\alpha_3$ -monosulfosäure und Abspalten der Acetylgruppe erhältlichen Farbstoffs werden in Wasser gelöst. Nach Zusatz von 12,7 kg Benzylchlorid und 7 kg Potasche schüttelt bzw. rührt man unter gelindem Erwärmen, bis der Geruch des Benzylchlorids vollständig verschwunden ist. Der schwerlösliche Farbstoff wird durch Abfiltriren, Pressen und Trocknen isolirt. Er färbt Wolle in saurem Bade dunkelblau.

In ähnlicher Weise erhält man die anderen Farbstoffe, wenn man an Stelle des in vorstehendem Beispiele benutzten Amidoazoproductes die analogen Amidoazoverbindungen aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure bzw.  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalin- $\beta_2 \beta_3$ -disulfosäure verwendet.

Dieselben erzeugen auf Wolle in saurem Bade rein blaue Nuancen.

An Stelle des Benzylchlorids (1 Molekül) kann man natürlich Benzylbromid oder ähnliche Benzylierungsmittel, an Stelle von Potasche ( $\frac{1}{2}$  Molekül) lassen sich andere Alkalicarbonate ( $\frac{1}{2}$  Molekül) oder auch Aetzkalkalien (1 Molekül) verwenden.

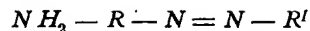
Die so entstehenden Farbstoffe stellen Gemische von den in der französischen Patent-

schrift Nr. 212648 zuerst beschriebenen Monobenzyl-p-amidobenzolazo- $\alpha_1 \alpha_4$ -dioxynaphthalinsulfosäurefarbstoffen und von p-Amidobenzolazo- $\alpha_1 \alpha_4$ -dioxynaphthalinsulfosäuremonobenzylesterfarbstoffen dar, deren gleichzeitige Bildung dadurch veranlaßt wird, daß beim Benzyliren der Benzylrest theils Wasserstoff in der Amidogruppe substituiert, theils mit einer Sulfogruppe unter Bildung von Sulfobenzylestern reagiert.

Von den nicht benzylirten Amidoazofarbstoffen unterscheiden sich die neuen Farbstoffe hauptsächlich dadurch, daß sie auf Wolle in sauren Bädern rein blaue Nuancen liefern, während die ersteren mehr oder weniger rothviolette Färbungen erzeugen.

#### PATENT-ANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Darstellung von Wolle in saurem Bade färbenden Azofarbstoffen, darin bestehend, daß man Amidoazofarbstoffe der allgemeinen Formel



(worin mit  $R'$  die Reste von gekuppelten Dioxynaphthalinsulfosäuren bezeichnet sind) mit Benzylchlorid bzw. analogen Benzylverbindungen bei Gegenwart von Alkalien behandelt.

2. Die besonderen Ausführungsformen des nach Anspruch 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man 1 Molekül derjenigen Amidoazofarbstoffe, welche aus Monoacetyl-p-phenylendiamin bzw. p-Nitranilin durch Diazotiren, Kuppeln mit  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_3$ -monosulfosäure,  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure oder  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\beta_2 \beta_3$ -disulfosäure und durch darauf folgendes Abspalten der Acetylgruppe bzw. Reduciren der Nitrogruppe erhalten werden können, mit 1 Molekül Benzylchlorid oder analogen Benzylirungsmitteln in Gegenwart von  $\frac{1}{2}$  Molekül Alkalicarbonat bzw. 1 Molekül Alkalihydroxyd behandelt.